

зультаты обработки могут быть выполнены в рамках охраны окружающей среды и медицинских объектов; идентифицировать объекты с наиболее неблагоприятными условиями окружающей среды. Расчет корректирующих интегральных показателей выявляет критические элементы в системе показателей.

DETERMINATION OF CRITICAL COMPONENTS IN THE GENERALIZED ASSESSMENT OF THE ENVIRONMENTAL AND HYGIENIC SITUATION

M.Yu. Antomonov, L.T. Rusakova, S.L. Pashynska, O.V. Voloshchuk

Purpose. Development of technology for the calculation and analysis of integrated indicators to identify destabilizing factors in the assessment of ecological and sanitary identify the critical factors in the assessment of the ecological and sanitary objects.

Methods. Mathematical, statistical.

Results. The article discusses the phased construction of the integrated assessment. Developed a nonlinear algorithm integration indicators. The proposed technology allows you to quickly implement the processing of data array, bring it to a format suitable for further, more detailed analysis and evaluation of the generalized assessment. The results of processing may be performed within the environmental and medical objects; identify objects with the most adverse environmental conditions. Calculation corrective integral indicators reveals critical elements in a scorecard.

УДК 543.064

ПОДХОД К ОПТИМАЛЬНОМУ ВЫБОРУ МЕТОДА ОТМЫВКИ СТЕКЛЯННОЙ ПОСУДЫ В АНАЛИТИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

Левин М.Г., Останина Н.В., Савина Н.А., Тарасенко Н.Л., Терещенко О.Н.

ГУ "Институт гигиены и медицинской экологии им. А.Н. Марзеева НАМН Украины, г. Киев

Введение. Каково бы не было инструментальное оснащение аналитической лаборатории, работающей в области химии, фармации, биохимии, мониторинга окружающей среды и т.д. (т.е. то, что называется Life Sciences), основой её функционирования является переводение некоторой представительной пробы реального объекта, например, серии лекарственного препарата или пищевой добавки, в т.н. аналитическую пробу (процедура пробоподготовки/sample preparation), которая представляется некоторому аналитическому прибору. Этот прибор может быть простейшим (например, весы в случае гравиметрического анализа, фотокolorиметром в случае фотометрического анализа, просто человеческим глазом в случае предельных тестов с визуальной оценкой) или весьма сложным и дорогостоящим (например, ЯМР или ВЭЖХ с тандемным массметрическим детектором). Методы, не

требующие переведения представительной пробы в аналитическую, как правило, не универсальны и редко являются количественными, к ним относятся т.н. методы неразрушающего контроля, например, спектроскопия в ближней инфракрасной области. Можно сказать, что они не делают погоды в аналитической лаборатории. Для того, чтобы представительная проба, была корректно переведена в аналитическую пробу, которая, как правило, представляет собой раствор аналитов и иных компонентов в некотором растворителе, требуется чистая лабораторная посуда. Важность этого положения акцентуируется практически во всех общих руководствах, в частности в Фармакопеях, а в Фармакопее Соединенных Штатов Америки даже имеется отдельная статья, посвященная чистоте лабораторной стеклянной посуды и приборов [1]. Понятие чистота отражает требование к тому, чтобы посуда не вносила

значимых искажений в результаты химического анализа. Так как разные лаборатории используют разные комплексы аналитических технологий, то и требования к чистоте посуды у них могут быть разными. Так, лаборатории, специализирующиеся на определении токсичных металлов в различных объектах имеют свои требования к чистоте аналитической посуды [2]. Лабораторная посуда бывает одноразовой и многоразовой, одноразовая естественно не моется и должна быть априори чистой. Многоразовая посуда моется. Существует два крайних подхода к мытью многоразовой посуды в лаборатории.

1. Каждый аналитик моет свою посуду.
2. Посуда моется централизованно, как правило, с использованием специализированной моечной машины.

Каждый подход имеет свои достоинства и недостатки, поэтому, как правило, реализуется «гибридный» вариант, когда посуда для особо ответственных и требовательных анализов моется аналитиком отдельно на фоне централизованного мытья остальной посуды.

От централизованного мытья посуды требуется решить три задачи:

1. Чтобы загрязнения посуды были удалены.
2. Чтобы мойка не оставила остатков ПАВ и иных компонентов, используемых при мойке.
3. Быть проведенной так, чтобы после нее не требовалась перекалибровка посуды и, чтобы поверхность стекла не становилась адсорбционно и/или каталитически активной.

Третья задача решается посредством использования надлежащих режимов мойки, которые, как правило, рекомендуются производителями специализированных моечных машин (например, [3]). Вторая задача решается посредством контроля промывных вод по общим физико-химическим показателям, таким как: рН, электропроводность, окисляемость. На эту тему имеется множество публикаций (например, [4]) поэтому эта проблема в данной статье рассматриваться не будет. В данной статье мы предлагаем решение первой (и, на наш взгляд, самой важной) задачи.

Самый плохой случай. Мытье химической посуды в специализированной посу-

домоечной машине осуществляется путем последовательной обработки посуды водными растворами ПАВ при повышенных температурах и многократного ополаскивания водой очищенной или дистиллированной. Такой способ обработки, очевидно, гарантирует удаление гидрофильных (т.е., как правило, растворимых в воде) загрязнений. Самую большую проблему составляют гидрофобные загрязнения, и, особенно, те гидрофобные загрязнения, которые имеют хорошую адгезию (т.е. те, которые формируют прочно прилипающие к стеклу слои). Т.е. гидрофобное вещество, которое обладает хорошей адгезией и представляет «самый плохой случай загрязнения».

Модельный аналит. Аналогичные исследования, например, [3] используют в качестве маркера полноты отмытки цианкоболамин или иные водорастворимые соединения, однако, по нашему мнению, отмытка от такого рода соединений не представляет труда, поэтому не может быть показательной. Для того, чтобы такое вещество можно было использовать в качестве аналитического маркера верификации отмытки, оно должно обладать некоторыми специфическими свойствами:

- Быть недорогим, легкодоступным, не токсичным.
- Легко смываться некоторым иным растворителем (по возможности безвредным).
- Легко и селективно определяться в получаемой в результате смыва пробе.

В качестве такого модельного загрязнителя нами был выбран антрацен. Он является гидрофобным веществом (растворимость в воде при 25⁰С составляет 45 мкг/литр и примерно 250 мкг/литр при 50⁰С [https://en.wikipedia.org/wiki/Anthracene#cite_note-crc-1]), формирует на поверхности стекла прочные депозиты (см. рис. 1), является малотоксичным (не обладает канцерогенными свойствами в отличие от большинства ПАВ [5]). Антрацен легкодоступен и не дорог и поставляется с высоким содержанием основного вещества надежными производителями, такими как Sigma Aldrich, Merck и т.д. Антрацен быстро и легко растворяется в 96% спирте (порядка 20 000 000 мкг/литр), который (после воды) является самым безопасным и доступным растворителем.

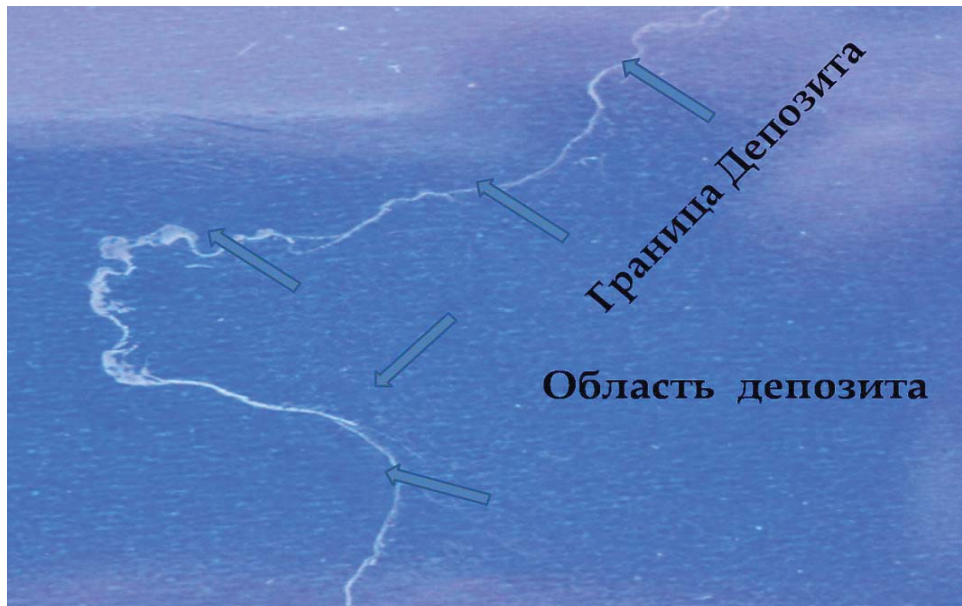


Рисунок 1. Депозит антрацена (тонкая прозрачная пленка) на поверхности чашки Петри, съемка выполнена на синем фоне для получения достаточной контрастности.

При формировании депозита антрацена на внутренней поверхности лабораторной посуды (после внесения спайкирующего спиртового раствора и удаления спирта под вакуумом), как мерной (колбы мерные, пипетки и т.д.), так и общего назначения (стандарты химические, конические и круглодон-

ные колбы, делительные воронки и т.д.) этот депозит чрезвычайно сложно смыть вручную. И, в завершение всего, антрацен обладает превосходным поглощением в УФ области спектра (в частности в спиртовом растворе) (рис. 2).

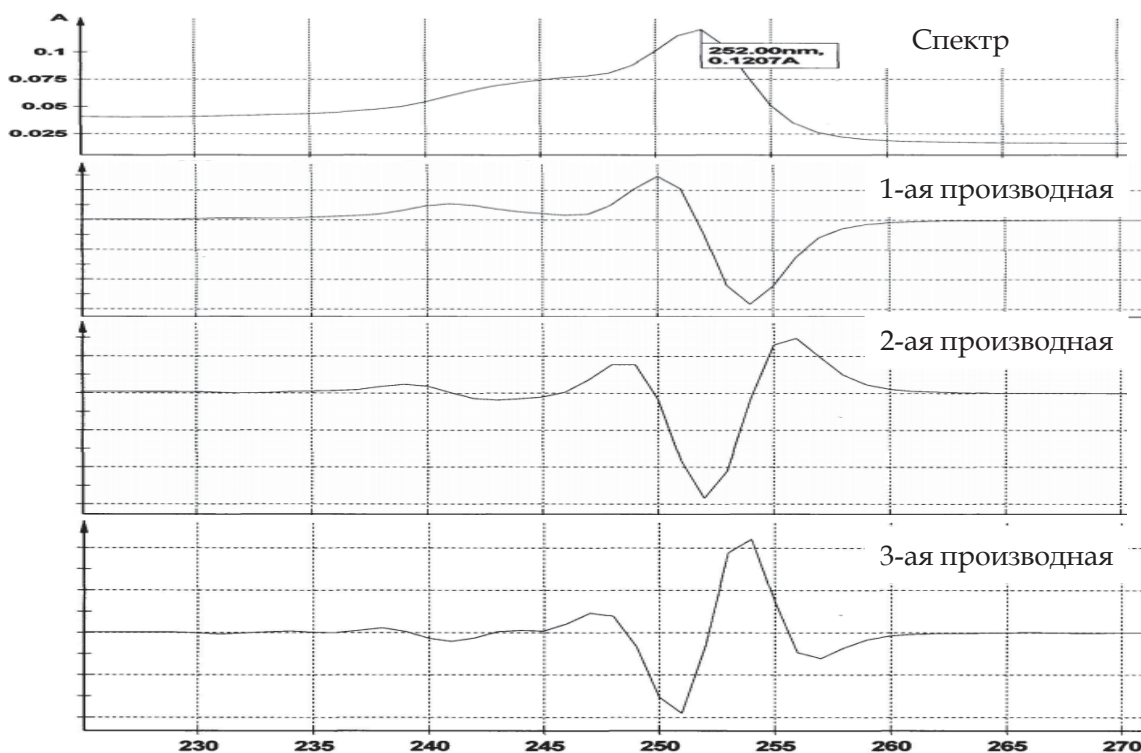


Рисунок 2. Антрацен 0.1 мкг/мл в 96% спирте. По оси абсцисс длина волны в нанометрах.

Положение и интенсивность полос раствора антрацена практически не зависит от кислотности/щелочности и природы растворителя (например, спектры в воде и спирте практически идентичны) и ионной силы раствора, так как антрацен не склонен терять или приобретать протоны и формировать ассоциаты с ионами/молекулами (которые могут оставаться в посуде). Кроме того, аналитический сигнал в форме минимум пика первой производной в районе 254 нм чрезвычайно селективен и позволяет количественно

определять антрацен в присутствии больших избытков иных веществ, поглощающих или рассеивающих электромагнитное излучение в диапазоне, включающем 254 нм, например, разнообразных детергентов. Кроме того, удельная интенсивность сигнала (удельный отклик) по первой производной в широком диапазоне концентраций намного более постоянен, чем удельный отклик, рассчитанный по оптической плотности (смотри таблицу 1 и рис. 3).

Таблица 1. Некоторые спектральные характеристики раствора антрацена в спирте 96%.

I	II	III	IV	V
C, µg/ml	A 252 nm	A/C	A' 254 nm	A'/C
2.5	2.36	0.944	-0.64	0.26
1	1.08	1.08	-0.29	0.29
0.1	0.12	1.2	-0.028	0.28
0.01	0.011	1.1	-0.0032	0.32
0.005	0.0089	1.78	-0.0015	0.30
0.0025	0.0043	1.72	-0.0007	0.28
			Среднее значение	0.29

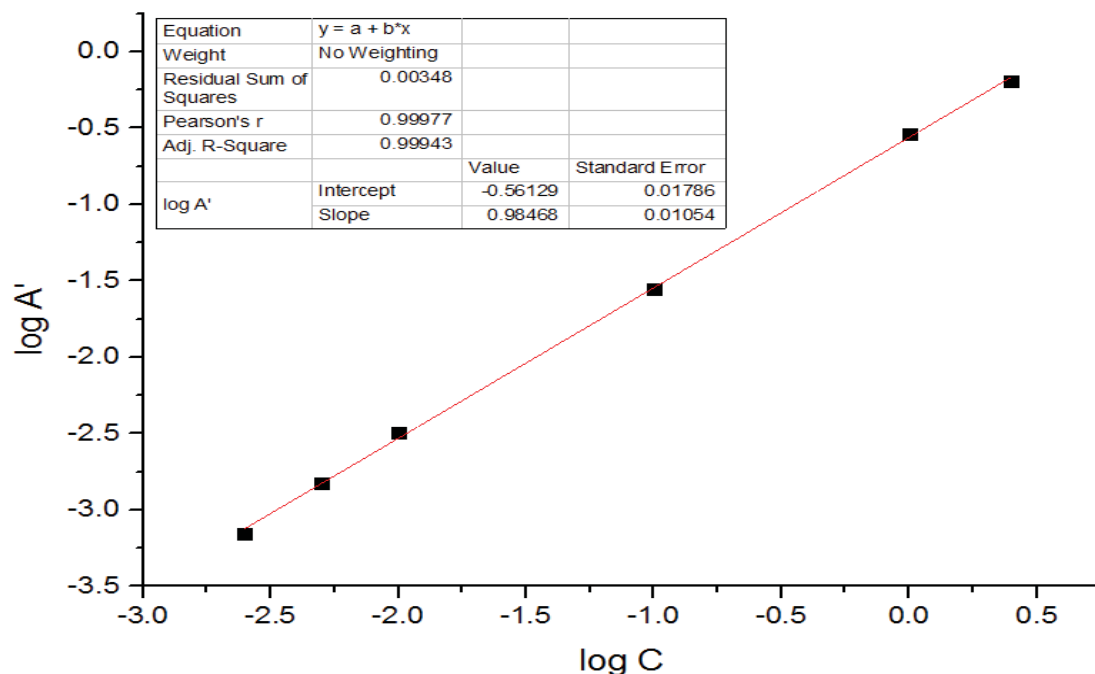


Рисунок 3. Зависимость величины первой производной антрацена в области 254 нм от концентрации.

В связи с очень широким диапазоном исследуемых концентраций 3 порядка использовано логарифмическое представление.

I. Концентрация антрацена в 96% спирте, мкг/мл.

II. Оптическая плотность раствора при 254 нм.

III. Отношение оптической плотности к концентрации антрацена, «Удельный Отклик».

IV. Значение первой производной оптической плотности при 254 нм.

V. Отношение абсолютной величины первой производной оптической плотности при 254 нм к концентрации, «Удельный Отклик».

Все эти обстоятельства делают возможным экспрессное и робастное спектрофотометрическое определение антрацена по значению первой производной при 254 нм в спиртовом смыве.

Так как в методике смыв проводится 5 мл 96% спирта, то расчет основан на следующих соображениях:

- В посуду вносится 1,0 мл раствора антрацена в 96% спирте с концентрацией 500 мкг/мл антрацена, то есть 500 мкг.
- Если получаемый отклик (величина первой производной при 254 нм) равен A' , то концентрация антрацена в мкг/мл смыва

$$C = \frac{A'}{0.29}$$

равна

- Полное количество неотмытого антрацена содержится в 5 мл смыва, т.е. $5 \frac{A'}{0.29}$ мкг.
- Тогда процент неотмытого антрацена (X):

$$X = 5 \frac{A'}{0.29} \frac{100}{500} = \frac{A'}{0.29} \%$$

По этой формуле и проводились все расчёты.

Обсуждение Критерия Приемлемости. Из-за того, что отмывка депозита антрацена является «самым плохим случаем» загрязнения, нами предложен следующий

критерий приемлемости отмывки партии посуды: после отмывки количество найденного антрацена, оставшегося в спайкированных сосудах не должно превышать 0,1% от внесенного количества. Это гарантирует то, что практически все иные потенциальные загрязнения вымываются практически полностью.

Методика.

Раствор антрацена. 0,250 г антрацена переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, прибавляют 200 мл спирта этилового 96%, растворяют, после чего доводят объем раствора в колбе до метки тем же растворителем (500 мкг/мл). Этот раствор можно хранить в плотно закрытой склянке в холодильнике 2-8⁰С. Срок годности раствора 1 год, наблюдения продолжаются. Перед использованием раствору антрацена дают прийти в тепловое равновесие с окружающей средой.

Получение спайкированных предметов. 1,0 мл полученного раствора (500 мкг антрацена) вносится в каждый из выбранных предметов из партии лабораторной посуды предназначенной для мытья. Выбранные предметы составляют, обычно, 5% общего числа предметов партии, и являются наиболее сложными для отмывки. Каждый выбранный предмет специальным образом маркируется (далее спайкированные предметы). Спайкированные предметы помещаются в вакуум-сушильный шкаф с температурой 60⁰С и сушатся под вакуумом в течение 60 минут. За это время спирт успевает полностью испариться, а антрацен практически не улетучивается и образует прочный депозит на внутренней поверхности предмета, например, мерной колбы.

В таблице 2 представлены результаты машинного мытья посуды в режиме А.

Таблица 2. Машинное мытье посуды в режиме А.

№	Машинная отмывка посуды				
	Наименование	Вместимость	№	A' 254 nm	X%
1.	Мерная колба	5 мл	1	-0.0067	0.023
			2	0	0.000
			3	-0.0005	0.002

№	Машинная отмывка посуды				
	Наименование	Вместимость	№	A' 254 nm	X%
2.	Мерная колба	25	1	-0.0032	0.011
			2	-0.06	0.209
			3	-0.001	0.003
			4	-0.005	0.017
			5	-0.019	0.066
3.	Мерная колба	50	1	-0.0034	0.012
			2	-0.24	0.834
			3	-0.054	0.188
			4	-0.009	0.031
			5	-0.015	0.052
4.	Мерная колба	100	1	-0.0432	0.150
			2	-0.0016	0.006
			3	-0.1421	0.494
			4	-0.017	0.059
5.	Мерная колба	200	1	-0.029	0.101
			2	-0.0023	0.008
6.	Мерная колба	250	1	-0.0096	0.033
			2	-0.037	0.129
7.	Мерная колба	500	1	-0.0051	0.018
			2	-0.004	0.014
8.	Мерная пробирка	10	1 (пластмасса)	Зашкал	
			2	0	0
9.	Мерная пробирка	25	1	-0.0021	0.007
			2	0	0
10.	Коническая колба	50	1	-0.0004	0.001
11.	Коническая колба	250	2	-0.0004	0.001
12.	Бутыль	500	3	-0.058	0.202

Мытье партии лабораторной посуды. Партия лабораторной посуды с спайкированными предметами помещается в моечную машину, причем спайкированные предметы размещаются рандомизированным (случайным) образом. Проводится мойка и сушка посуды.

Смыв остатков антрацена со спайкированных предметов. Каждый из спайкированных предметов ополаскивается изнутри

5 мл 96%. Такой способ позволяет извлечь более 95% оставшегося антрацена (подтвержден методом введено – найдено, скажем введено 5 мкг антрацена – найдено 96%, введено 2 мкг найдено – 101%, введено 1 мкг найдено – 98% и т.п.).

Как видно данный режим мытья посуды не дает консистентной (взаимно согласованной) отмывки.

Матеріали і методи дослідження.

Антрацен, Sigma Aldrich.

Спирт етиловий 96% по ГФУ.

УФ-ВИД спектрофотометр Specord-200.

Результати і їх обговорення. В результаті проведення даних досліджень встановлено, що дана методика дозволяє

визначати навіть дуже малі кількості залишених після процесу очищення посуду забруднень (антрацену). На основі розробленої методики в лабораторії впроваджується стандартна операційна процедура (СОП), яка в відповідності з графіком дозволяє проводити контроль якості очищення лабораторного посуду.

Висновок

Проведені дослідження дозволяють стверджувати, що розроблена методика очищення посуду є показовою в відношенні якості очищення лабораторного посуду і дозволяє виявляти проблеми з мийною машиною, регулювати при необхідності режими її роботи. Використання даної методики дає можливість гарантувати стабільність якості очищення посуду в межах централізованої лабораторної процедури миття посуду.

ЛІТЕРАТУРА

1. Фармакопея Соединенных Штатов Америки → General Information → <1051> CLEANING GLASS APPARATUS // *USP-NF*, Copyright © 2012 The United States Pharmacopeial Convention 12601 Twinbrook Parkway, Rockville, MD 20852 (Електронний Доступ (платний) <http://www.usp.org/>).
2. Stoeppler M. Sampling and Sample Preparation. Practical Guide for Analytical Chemists // © Springer-Verlag Berlin Heidelberg. 1997, – 215 p.
3. A guide to labware washer cleaning (<http://www.alconox.com/resources/labwasherguide.aspx>).
4. Polonini H.C. Development of a Standardized Procedure for Cleaning Glass Apparatus in Analytical Laboratories / H.C. Polonini, L.N. Grossi, A.O. Ferreira, M.A.F. Brandão // *Journal of Basic and Applied Pharmaceutical Sciences*, 2011; 32 (1): 133-136 ISSN 1808-4532.
5. Faust, Rosmarie A., Oak Ridge National Laboratory, Chemical Hazard Evaluation Group. Toxicity Summary for Anthracene. Oak Ridge, TN:1991.

ПІДХІД ДО ОПТИМАЛЬНОГО ВИБОРУ МЕТОДУ ВІДМИВАННЯ СКЛЯНОГО ПОСУДУ В АНАЛІТИЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ

Левін М.Г., Останіна Н.В., Савіна Н.А., Тарасенко Н.Л., Терещенко О.Н.

На основі використання "найбільш важко відмиваної речовини" (найгірший випадок), за який обрано антрацен, вибрані режими роботи стандартної посудомийної машини, що відповідають різним вимогам по ступеню відмивання посуду. Запропонований підхід відрізняється простотою, надійністю, робастністю і експресністю аналітичної методики, що входить в нього.

VERIFICATION OF ANALYTICAL GLASSWARE CLEANING

M. Levin, N. Ostanina, N. Savina, N. Tarasenko, O. Tereshchenko

Has been developed a method verification of analytical glassware cleaning by standard washing machine on the basis of the worst case situation. This approach allows somebody to obtain information on quality of a batch of analytical glassware cleaning and as required to reveal inefficient parts of the washing machine and so on.